

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-259158

(43)公開日 平成5年(1993)10月8日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/318	A	8518-4M		
C 2 3 C 16/34		7325-4K		
C 3 0 B 25/14		9040-4G		
H 0 1 L 21/20		9171-4M		
21/205				

審査請求 未請求 請求項の数2(全 3 頁)

(21)出願番号 特願平4-57996

(22)出願日 平成4年(1992)3月16日

(71)出願人 390025209

光技術研究開発株式会社

東京都港区虎ノ門一丁目19番5号

(72)発明者 吉田 清輝

茨城県取手市取手2-7-10 吉本ビル
302号

(72)発明者 佐々木 正洋

茨城県つくば市梅園2-15-2 ポヌール
梅園501号

(74)代理人 弁理士 後藤 洋介 (外2名)

(54)【発明の名称】 I I I 族元素の窒化膜の形成方法

(57)【要約】

【目的】 アンモニアを比較的低温で効率よく分解し、
もって効率よく窒化膜を形成する。

【構成】 加熱したGaAs基板の表面をGa飽和面と
する。アルミナファイバーを充填したクラッキングセル
を300~550℃に加熱し、アンモニアガスを通過さ
せる。アルミナファイバーを触媒としてクラッキングさ
れたアンモニアガスがGa飽和面のGaと反応してGa
N膜が形成される。

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 III族元素及びアンモニアガスを原料として基板上にIII族元素の窒化膜を結晶成長させるIII族元素の窒化膜の形成方法において、アルミナを充填したクラッキングセルを所定温度に加熱し、該クラッキングセルに前記アンモニアガスを通してクラッキングした分解種を基板のIII族半導体元素と反応させるようにしたことを特徴とするIII族元素の窒化膜の形成方法。

【請求項2】 前記クラッキングセルを所定温度に加熱する前に、前記所定温度よりも高い温度で加熱し、その後所定温度にするようにしたことを特徴とする請求項1のIII族元素の窒化膜の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、化合物半導体のエピタキシャル成長に関し、特に、III族元素の窒化膜の形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、MBE法（分子線エピタキシー法）でGaN膜を形成する場合、サファイア（Al₂O₃）、GaAs等を基板として用い、Ga及びアンモニア（NH₃）ガスを原料にして結晶成長を行う。この場合、アンモニアを分解するために、アンモニアを800℃以上に加熱して加熱分解させ、基板上のGa飽和面のGaと反応させてGaN膜を形成している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上述のように、従来の方法では、アンモニアを分解するために800℃以上に加熱しなければならず、窒化膜を形成する上で非常に効率が悪い。

【0004】 本発明は、アンモニアを比較的低温で分解し、効率よく窒化膜を形成する方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、III族元素及びアンモニアガスを原料として基板上にIII族元素の窒化膜を結晶成長させるIII族元素の窒化膜の形成方法において、アルミナを充填したクラッキングセルを所定温度に加熱し、該クラッキングセルに前記アンモニアガスを通してクラッキングした分解種を基板のIII族半導体元素と反応させるようにしたことを特徴とするIII族元素の窒化膜の形成方法が得られる。

【0006】

【実施例】 以下に本発明の実施例を説明する。ここでは、MBE法を用いてGaAs基板上にGaN膜を形成する方法を説明する。原料ソースは、Ga及びアンモニアガス（NH₃）である。

【0007】 まず、真空装置（図示せず）内に導入されたGaAs（100）基板を加熱して、Gaを照射し、

表面を（1×1）Ga飽和面とする。次に、300～550℃に加熱されたクラッキングセルを通してアンモニアガスを照射する。クラッキングされたアンモニアガスは、（1×1）Ga飽和面のGaと反応し、GaN膜が形成される。以降同様に、Gaの照射とアンモニアガスの照射を繰り返す。

【0008】 本実施例で使用されるクラッキングセルは、図1に示すように、外周に加熱用ヒーター11が巻き付けられた絶縁管12の内部に石英管13を収容し、さらにその内部にAl₂O₃ 95%、SiO₂ 5%の成分比のアルミナファイバー14を収容している。このクラッキングセルの先端は、中央に穴が設けられたタンタル製円板15で塞がれており、後端には、アンモニアを導入するためのステンレス管16が差し込まれている。ステンレス管16から導入されたアンモニアガスはアルミナファイバー14によってクラッキングされ、N⁺、NH⁺、NH₂⁺、及びNH₃⁺等の分解種に分解され、先端の穴より基板に向けて照射される。

【0009】 ここで、クラッキングセルの温度を600℃以上にすると、GaN膜は形成されない。これは、アンモニアガスがNとH-基とに完全に分解されてしまうと、Gaと反応し難くなるためだと考えられる。

【0010】 また、一度使用したクラッキングセルで、再び同じ条件でクラッキングを行うには、一端、真空中において、800℃以上で30分以上ベーキングする必要がある。これは、アンモニアガスのクラッキングを行った後、そのまま冷却すると、アルミナファイバーにアンモニア及びその分解種が吸着し、触媒作用を妨げるためだと考えられる。

【0011】 なお、上記実施例では、アルミナファイバーの成分をAl₂O₃ 95%、SiO₂ 5%としたが、これに限られるものではなく、例えば、Al₂O₃ 100%であっても良い。

【0012】 また、上記実施例では、GaAs基板にGaN膜を形成する例に着いて説明したが、その他のIII族元素の窒化膜、例えば、InN、GaInN、及びAlN等の窒化膜のエピタキシャル成長にも適用することができる。

【0013】

【発明の効果】 本発明によれば、アルミナファイバーを充填したクラッキングセルを使用してアンモニアガスを分解するようにしたことで、低温で、効率よくアンモニアを分解することができ、III族元素の窒化膜を効率よく形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施例に使用されるクラッキングセルの断面図である。

【符号の説明】

11 加熱用ヒーター
12 絶縁管

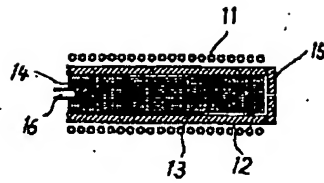
(3)

特開平5-259158

3
13 石英管
14 アルミナファイバー

4
15 タンタル製円板
16 ステンレス管

【図1】



* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The formation method of the nitride of the III group element characterized by making it make the decomposition kind which heated the cracking cell filled up with the alumina to predetermined temperature in the formation method of the nitride of an III group element which carries out the crystal growth of the nitride of an III group element on a substrate by using an III group element and ammonia gas as a raw material, and carried out cracking to this cracking cell through the aforementioned ammonia gas react with the III group semiconductor element on a substrate.

[Claim 2] The formation method of the nitride of the III group element of the claim 1 characterized by heating at temperature higher than the aforementioned predetermined temperature before heating the aforementioned cracking cell to predetermined temperature, and making it predetermined temperature after that.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] Especially this invention relates to the formation method of the nitride of an III group element about epitaxial growth of a compound semiconductor.

[0002]

[Description of the Prior Art] When forming a GaN film by the MBE method (molecular beam epitaxy method) conventionally, using sapphire (aluminum $2O_3$), GaAs, etc. as a substrate, Ga and ammonia (NH_3) gas are used as a raw material, and a crystal growth is performed. In this case, in order to decompose ammonia, make 800 degrees C or more heat and decompose ammonia thermally, it is made to react with Ga of Ga saturation side on a substrate, and the GaN film is formed.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] As mentioned above, efficiency is very bad, when it must heat at 800 degrees C or more and a nitride is formed by the conventional method, in order to decompose ammonia.

[0004] this invention decomposes ammonia at low temperature comparatively, and aims at offering the method of forming a nitride efficiently.

[0005]

[Means for Solving the Problem] In the formation method of the nitride of an III group element which carries out the crystal growth of the nitride of an III group element on a substrate by using an III group element and ammonia gas as a raw material according to this invention The cracking cell filled up with the alumina is heated to predetermined temperature, and the formation method of the nitride of the III group element characterized by making it make the decomposition kind which carried out cracking to this cracking cell through the aforementioned ammonia gas react with the III group semiconductor element on a substrate is acquired.

[0006]

[Example] The example of this invention is explained below. Here, how to form a GaN film on a GaAs substrate using the MBE method is explained. The raw material sources are Ga and ammonia gas (NH_3).

[0007] First, the GaAs (100) substrate introduced in vacuum devices (not shown) is heated, Ga is irradiated, and a front face is made into Ga (1x1) saturation side. Next, ammonia gas is irradiated through the cracking cell heated by 300-550 degrees C. The ammonia gas by which cracking was carried out reacts with Ga of Ga (1x1) saturation side, and a GaN film is formed. Irradiation of Ga and irradiation of ammonia gas are repeated similarly hereafter.

[0008] As shown in drawing 1, the cracking cell used by this example held the quartz tube 13 in the interior of the insulating tube 12 the heater 11 for heating was twisted around the periphery, and has held the alumina fiber 14 of aluminum $2O_3$ 95% and SiO_2 5% of component ratio in the interior further. The nose of cam of this cracking cell is closed by the disk 15 made from a tantalum with which the hole was prepared in the center, and the stainless steel pipe 16 for introducing ammonia is inserted in the back

end. cracking of the ammonia gas introduced from the stainless steel pipe 16 is carried out with the alumina fiber 14 -- having -- N^+ , NH^+ , NH_2^+ , and NH_3^+ etc. -- it is decomposed into a decomposition kind and irradiates towards a substrate from the hole at a nose of cam

[0009] Here, a GaN film will not be formed if temperature of a cracking cell is made into 600 degrees C or more. For this, ammonia gas is N and H. - If completely decomposed into a machine, it will be thought that it is because it is hard coming to react with Ga.

[0010] Moreover, in order to perform cracking on the again same conditions by the cracking cell used at once, it is necessary to carry out a 30-minute or more **-king above 800 degrees C into an end and a vacuum. Ammonia and its decomposition kind will stick to an alumina fiber, and this will be considered to be for barring a catalysis; if it cools as it is after performing cracking of ammonia gas.

[0011] In addition, although the component of an alumina fiber was made into aluminum₂O₃ 95% and SiO₂ 5% in the above-mentioned example, it may not be restricted to this and you may be aluminum₂O₃ 100%.

[0012] Moreover, although the above-mentioned example reached and explained to the example which forms a GaN film in a GaAs substrate, it is applicable also to epitaxial growth of nitrides, such as the nitride of other III group elements, for example, InN, GaInN, and AlN.

[0013]

[Effect of the Invention] According to this invention, at low temperature, ammonia can be decomposed efficiently and the nitride of an III group element can be efficiently formed by having made it decompose ammonia gas using the cracking cell filled up with the alumina fiber.

[Translation done.]

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-259158

(43)Date of publication of application : 08.10.1993

(51)Int.Cl. H01L 21/318
C23C 16/34
C30B 25/14
H01L 21/20
H01L 21/205

(21)Application number : 04-057996 (71)Applicant : HIKARI GIJUTSU KENKYU
KAIHATSU KK

(22)Date of filing : 16.03.1992 (72)Inventor : YOSHIDA KIYOTERU
SASAKI MASAHIRO

(54) METHOD FOR FORMATION OF III-GROUP ELEMENT NITRIDE FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To effectively form a nitride film by effectively cracking ammonia at a relatively low temperature.

CONSTITUTION: A surface of a GaAs substrate heated is turned into a Ga saturated face. A cracking cell filled with alumina fibers is heated to 300-550°C, and ammonia gas is passed therethrough. Ammonia gas, cracked using alumina fibers as catalyst, reacts with Ga in the Ga saturated face, a GaN film being formed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 27.02.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2711959

[Date of registration] 31.10.1997

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right] 31.10.2002

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office